

## BEST AVAILABLE COPY

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-156350

(43)Date of publication of application : 04.07.1991

(51)Int.Cl.

G01N 23/20

(21)Application number : 01-295367

(71)Applicant : NIPPON TELEGR &amp; TELEPH CORP &lt;NTT&gt;

(22)Date of filing : 14.11.1989

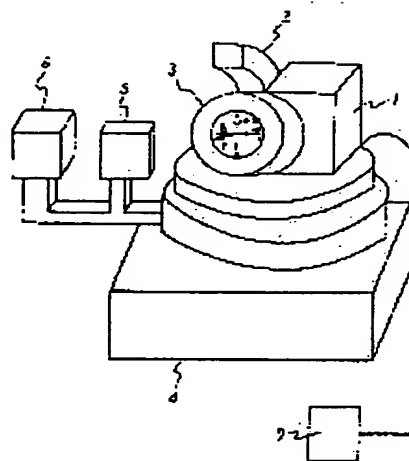
(72)Inventor : IWATA TSUNEKAZU  
YAMAJI AKIHIKO  
HIKITA MAKOTO

## (54) X-RAY DIFFRACTION APPARATUS

## (57)Abstract:

PURPOSE: To make it possible to evaluate the crystal structure of a thin film precisely by providing rotary mechanisms having two axes which are different from a rotary axis on a sample holder, and obtaining the data for parts which are different from a surface in parallel with a film surface.

CONSTITUTION: A sample holder is formed of a rotary mechanism 1 for a thin film substrate, a goniometer mechanism 2 of the substrate and a sample holding part 3 for holding the thin film substrate. A  $\theta$ - $2\theta$  goniometer 4 has the function for rotating ( $\theta$ ) the sample holder in response to the change ( $2\theta$ ) in opening angle between an X-ray source and an X-ray detector 6. The mechanisms 1 and 2 constitute the two axes which are independent of the rotary axis of the goniometer 4. The goniometer 4 can be rotated around a rotary axis (x) by  $\theta$ . The mechanism 1 can be rotated around a rotary axis (y) by  $\phi$ . The mechanism 2 can be rotated around a rotary axis (z) by  $\chi$ . The origin of the axes is the center of the sample holding part, and the axes are fixed to the holding part. The controls of the mechanisms is performed with a control computer 7. The X rays diffracted through the thin film substrate are detected with the X-ray detector 6 through a slit 5.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-156350

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)7月4日

G 01 N 23/20

7172-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 X線回折装置

⑯ 特 願 平1-295367

⑰ 出 願 平1(1989)11月14日

⑱ 発 明 者 岩 田 恒 和 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内  
 ⑱ 発 明 者 山 路 昭 彦 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内  
 ⑱ 発 明 者 正 田 真 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内  
 ⑲ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号  
 ⑳ 代 理 人 弁理士 澤井 敬史

⑳ 明 細 書

## 1. 発明の名称

X線回折装置

## 2. 特許請求の範囲

同一円周上に配置され、中心に向かってX線を照射するX線源と、該中心方向に向かった開口を有するX線検出器と、中心に設置された試料ホルダからなり、X線源とX線検出器の間の開き角の変化( $2\theta$ )に応じて試料ホルダが回転( $\theta$ )する2軸X線回折装置において、前記試料ホルダが上記回転軸とは独立な2軸の回転機構を備えることを特徴とするX線回折装置。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、基板に成長させた単結晶薄膜の、結晶構造を評価する装置に関するものである。

〔従来の技術〕

従来、基板に成長させた薄膜が、基板に対してエピタキシャルに成長したか否かを評価するためには、低エネルギー電子線回折装置(LE

ED)や高エネルギー電子線回折装置(RHEED)が用いられてきた。しかし、これらの装置は、表面から数10オングストローム程度の領域しか評価できない。従って、これ以上の厚さを有する薄膜での基板界面付近での結晶性評価ができないという欠点があった。100オングストローム以上の薄膜の界面の結晶性を評価するためには、電子線の代わりにX線を用いることが考えられる。X線を用いた構造解析装置としては、バルク単結晶の構造解析を目的とした4軸X線回折装置や、粉末試料を対象とした2軸X線回折装置がある。4軸X線回折装置は、バルク単結晶を評価することを目的とし、ニードルの先端に保持された単結晶にX線を入射し、回折されたX線を任意の軸の周りで測定できる。しかし、試料は単結晶を球状に加工したものとする必要があり、薄膜単結晶の評価に用いることは、困難であった。また、装置が高価とならざるを得なかった。一方、2軸X線回折装置は、粉末状の試料についての測定を前提にしており、

## 特開平 3-156350 (2)

単結晶薄膜を試料とした場合には、2軸と平行な面以外に存在する結晶面からの回折X線は検出することができないので、これらの面についての情報を得ることができない。2軸と垂直な試料面の法線を軸として、試料を回転させるオプションを備えた装置も市販されているが、これは、あおり機構を持たないため、単結晶薄膜の評価には不十分である。また、測定試料を振動させながら回転させる、回転振動試料台が市販されているが、角度を任意に制御できる機構を備えていないため、単結晶薄膜の評価は難しい。

〔発明が解決しようとする課題〕

2軸X線回折装置は、4軸X線回折装置に比べ一般に安価であり、しかも、多結晶体の構造解析には、取扱も簡単であるため、かなり普及している。従って、2軸X線回折装置を改良することにより、単結晶薄膜の評価が可能な装置とすることができれば、価格的にも機能的にも大変便利である。

3は、試料保持部であり、薄膜基板をここに保持する。1、2、3は全体として試料ホルダを構成する。4は、 $\theta-2\theta$ ゴニオメータであり、X線源とX線検出器6の間の開き角の変化( $2\theta$ )に応じて試料ホルダが回転( $\theta$ )する機能を有する。1と2の機構は、4の回転軸と独立な2軸を構成する。回転軸の関係を図中に示す。ゴニオメータは回転軸xの周囲で $\theta$ の回転を可能とし、基板回転機構1は回転軸yの周囲で $\theta$ の回転を可能とし、あおり機構2は回転軸zの周囲でxの回転を可能とする。これらの軸は試料保持部の中心を原点とし、この保持部に固定された軸である。5は、スリットであり、6は、X線検出器であり、5と6で基板から回折されたX線を検出する部分を構成する。7は、1、2、4のを制御したり、データを取り込むための制御用コンピュータである。1の回転機構は任意の位置で正確に固定することを可能とするためにステッピングモーターにより回転を行うように構成することが好ましい。2のあおり機

本発明は、このような点に鑑みてなされたものであり、薄膜の結晶構造を評価可能なX線回折装置を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、同一円周上に配置され、中心に向かってX線を照射するX線源と、該中心方向に向かった開口を有するX線検出器と、中心に設置された試料ホルダからなり、X線源とX線検出器の間の開き角の変化( $2\theta$ )に応じて試料ホルダが回転( $\theta$ )する2軸X線回折装置において、前記試料ホルダが上記回転軸とは独立な2軸の回転機構を備えることを特徴とするX線回折装置を提供する。この装置は、従来の2軸X線回折装置に、以下の実施例で説明するような機能を有する試料ホルダおよびその制御装置を付加することによっても実現できる。

〔作用と実施例〕

第1図は、本発明のX線回折装置の基本構成図である。X線源は省略した。1は、基板の回転機構であり、2は、基板のあおり機構であり、

構も任意の位置で正確に固定するためにステッピングモーターを用いて回転を行なうことが好ましい。

〔測定例1〕

以下に本発明の装置を使用し、単結晶薄膜の評価を行った結果を示す。

チタン酸ストロンチウム( $\text{SrTiO}_3$ )基板の上にエピタキシャルさせた膜厚約3000オングストロームのイットリウムバリウム酸化物( $\text{YBCO}$ )を用いて本測定装置により測定した結果を示す。第2図は、通常の2軸ゴニオのみを操作したときのX線回折パターンを示す。基板からの回折線の他は、(00L)面からの回折線が観測される。これは、この膜がc軸に配向していることを示しているが、a軸、b軸に関する情報はまったく含んでいない。このように配向性のよい薄膜の場合、試料によっては、この2軸だけでは、測定されないX線回折ピークがある。これは、通常の2軸X線回折装置の場合には膜面に平行な位置に存在する結晶面の

## 特開平3-156350 (3)

情報しか取得できないためである。

第3図は、膜をあおり方向すなわち $x$ 方向にある角度傾けて固定し、 $2\theta$ の特定の値ごとに $\phi$ 方向に回転して回折強度を測定した結果を示す。 $(00L)$ 以外の、つまり、 $a$ 軸、 $b$ 軸の情報を含んだピークが測定可能である。第4図は、1および2の機構により $\phi$ および $x$ をピークの存在位置に固定し、 $2\theta$ 方向に回転させながら、回折強度を測定した結果を示す。ここでは、 $(203)$ 及び、 $(023)$ ピークの測定結果を示す。通常の測定法で得た $(00L)$ ピークからの情報と、この結果から膜の格子定数は、 $a=3.86$ オングストローム、 $b=3.89$ オングストローム、 $c=11.70$ オングストロームであることが計算される。このように、本発明の装置を用いることにより、通常では不可能であった格子定数を独立に測定することができた。

## 〔測定例2〕

RHEEDボタンが同一のそれぞれ異なる試

料(a)、(b)を用意した。RHEEDボタンからは、それぞれの薄膜の表面が $(110)$ 方位に成長していると判断された。この試料を本発明装置で測定した結果を図5(a)と(b)に示す。ここでは、 $(102)$ ピークを測定の対象とし、あおり角度を $11.3$ 度に固定し、回転を行いながら回折強度を取得したものである。図5(b)では、ノイズの他は存在しないが、図5(a)では、明らかに膜から回折されたピークが観測される。これは、 $(103)$ 方位に成長した場合に現われるピークであり、(a)の膜は $(110)$ 方位以外にも、 $(103)$ 方位に成長した部分を含んでいることが明かである。これは、試料(a)と試料(b)は、RHEED法による測定により明らかのように、表面付近の結晶性は同一であるが、膜の内部、基板界面付近では、異なることを示している。

## 〔発明の効果〕

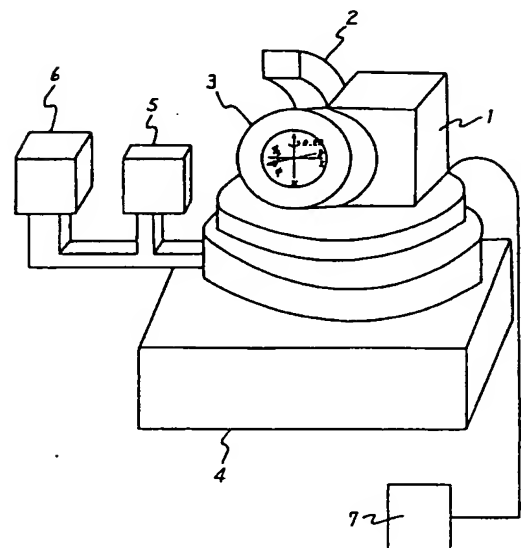
以上説明したように、本発明の装置を用いる

ことにより、電子線を用いたLEEDやRHEEDでは評価できない、 $100$ オングストローム以上の薄膜の膜内部の結晶性が評価できる。また、通常の2軸X線回折装置では不可能な膜面に平行な面以外の情報を取得し、薄膜の結晶構造を精密に、評価することができる。

## 4. 図面の簡単な説明

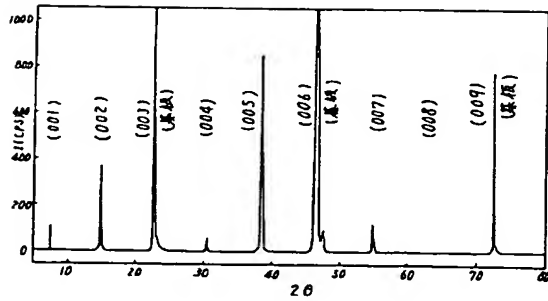
第1図は、本発明および本発明を取り付ける2軸X線回折装置の基本構成図である。第2図は、2軸のみを操作して得られたX線回折ボタン。第3図は、あおり方向と回転軸方向を、制御して得られたX線回折ボタン。第4図は、あおり方向、回転方向を固定し、 $2\theta$ 方向に回転しながら測定して得られたX線回折ボタン。第5図は、RHEEDボタンが同一の試料について本発明の装置を用いて測定したX線回折ボタン。  
1・・・基板の回転機構、5・・・スリット、  
2・・・基板のあおり機構、6・・・X検出器、  
3・・・試料ホルダ、7・・・制御用コンピュータ  
4・・・ $\theta-2\theta$ ゴニオメータ

図面の浄書(内容に変更なし)

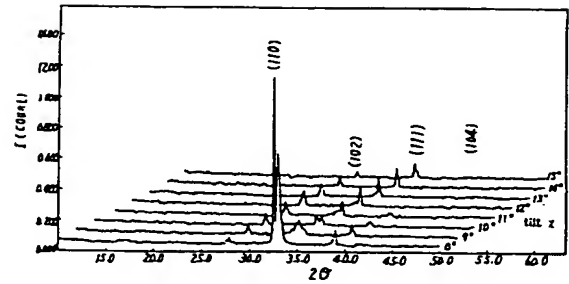


第1図

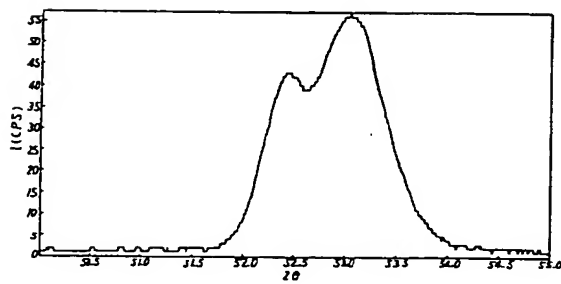
特開平3-156350 (4)



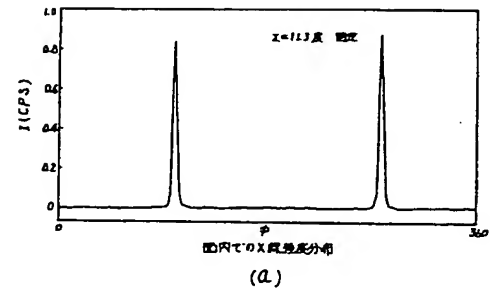
第2図



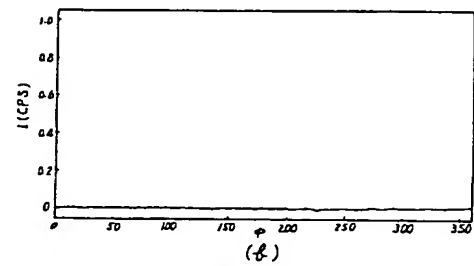
第3図



第4図



(a)



(b)

第5図

特開平3-156350 (5)

## 手続補正書(方式)

平成2年 2月29日

特許庁長官殿

1. 事件の表示 平成1年特許願第295367号

2. 発明の名称 X線回折装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

(422) 日本電信電話株式会社

代表者 山口 朗 生

4. 代理人 東京都武蔵野市緑町3丁目9番11号

日本電信電話株式会社内

(9195) 弁理士 澤井 敬 史

5. 補正命令の日付

平成2年 2月13日

(発送日 平成2年 2月27日)

6. 補正の対象 願書に添付した図面

7. 補正の内容 願書に最初に添付した図面の浄書・別紙

方式 小松 のとおり(内容に変更なし)

寄 附

